

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 027 144 B1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des
Hinweises auf die Patenterteilung:
10.07.2002 Patentblatt 2002/28

(51) Int Cl.7: **B01J 2/04**, F25C 1/00,
A23L 3/375

(21) Anmeldenummer: 98952663.7

(86) Internationale Anmeldenummer:
PCT/EP98/06177

(22) Anmeldetag: 29.09.1998

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:
WO 99/22855 (14.05.1999 Gazette 1999/19)

(54) **VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUM ABKÜHLEN UND ZERSTÄUBEN VON FLÜSSIGEN
ODER PASTÖSEN STOFFEN**
METHOD AND DEVICE FOR COOLING AND ATOMIZING LIQUID OR PASTE-LIKE SUBSTANCES
PROCEDE ET DISPOSITIF PERMETTANT DE REFROIDIR ET DE PULVERISER DES MATERIAUX
FLUIDES OU PATEUX

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE

(30) Priorität: 31.10.1997 DE 19748069

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
16.08.2000 Patentblatt 2000/33

(73) Patentinhaber: MESSER GRIESHEIM GMBH
60547 Frankfurt (DE)

(72) Erfinder:
• BERGER, Thomas
D-45219 Essen (DE)

- LINGLER, Klaus
D-41238 Mönchengladbach (DE)
- BÜSCHKENS, Guido
D-47802 Krefeld (DE)
- NOBIS, Peter
D-41469 Neuss (DE)

(56) Entgegenhaltungen:
EP-A- 0 731 326 WO-A-95/01221
WO-A-96/19922 GB-A- 2 146 943

- PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 009, no.
059 (C-270), 15. März 1985 & JP 59 196701 A
(ISHIKAWAJIMA HARIMA JUKOGYO KK), 8.
November 1984

EP 1 027 144 B1

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

Printed by Jouve, 75001 PARIS (FR)

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Abkühlen und Zerstäuben von flüssigen oder pastösen Stoffen.

[0002] Kühlprozesse werden zur Änderung der Produkteigenschaften von Stoffen eingesetzt. Die zu kühlenden Stoffe werden in der Regel in Apparaturen behandelt, deren Kühlwirkung auf Wärmeübertragungsprozessen zwischen einem Kühlmittel und dem zu kühlenden Stoff an Kühlflächen beruht. Der Wärme- bzw. Kälte transport zwischen Kühlmittel und dem zu kühlenden Stoff ist daher nur indirekt. Eine oft geforderte relativ schnelle Abkühlung der Stoffe ist hiermit nicht zu erreichen. Diese Kühlverfahren sind ebenfalls oft nicht geeignet zur Durchführung einer Kristallisation oder zum Gefrieren, da sich isolierende Ablagerungen auf den Kühlflächen bilden, die den Kühlprozeß beeinträchtigen können. Derartige Kühlprozesse sind zum Beispiel in Römpf Chemielexikon und Pahlmann, Taschenbuch der Kältetechnik beschrieben.

[0003] Weiterhin ist bekannt, daß in großtechnischem Maßstab Sprühtürme zur Herstellung von pulverförmigen Produkten bei Einsatz von konventioneller Kälte eingesetzt werden.

[0004] Cryogene Kühl- und Gefrierverfahren, bei denen tiefkalte Gase eingesetzt werden, sind ebenfalls Stand der Technik. Aus Römpf Chemielexikon und Pahlmann, Taschenbuch der Kältetechnik sind beispielsweise Verfahren bekannt, bei denen die zu kühlenden Stoffe mit dem Kältemittel, insbesondere mit flüssigem Stickstoff oder mit festem Kohlendioxid in Form von Trockeneis oder Schnee, besprüht werden. Der direkte Kontakt des Kältemittels mit den Stoffen führt zu einer wesentlich schnelleren Abkühlung der Stoffe als bei den zuvor genannten konventionellen Verfahren. Für eine relativ rasche Abkühlung flüssiger oder pastöser Stoffe ist auch dieses Verfahren ungeeignet, da die Abkühlung im Innern der Stoffe durch den Wärmetransport durch den Stoff selbst bestimmt wird und die Kontaktflächen für eine schnelle Abkühlung, beispielsweise zur Kristallisation, noch zu klein sind. Die Herstellung von leicht dosierbaren, rieselfähigen Stoffen ist mit diesen Verfahren kaum möglich.

[0005] Durch das Cryopel[®]-Verfahren, beschrieben in US 4,967,571, das Cryobreak[®]-Verfahren, beschrieben in DE 44 19 010 C1 sowie das Cryofals[®]-Verfahren, beschrieben in DE 43 29 110 C1, sind Verfahren bekannt, bei denen flüssige Stoffe durch das Eintropfen in flüssigen Stickstoff sehr rasch abgekühlt werden. Dieser Kühlprozeß kann zu einem dosierfähigen, pelletierten Stoff führen. Die sich einstellenden Partikelgrößen liegen meist im Bereich von einigen Millimetern. Die Abkühlung erfolgt immer auf die Temperatur des flüssigen Stickstoffs von ca. 77 K, was bei einer Vielzahl von Anwendungen nicht nötig oder sogar unerwünscht ist.

[0006] Ferner ist eine Vorrichtung bekannt, bei der unter Verwendung von Zweistrahldüsen ein flüssiger Stoff

mit flüssigem Stickstoff in Kontakt gebracht wird, um den Stoff rasch abzukühlen. Dabei ergibt sich der Nachteil, daß das Produkt bereits durch den tiefkalten Stickstoff in der Düse abkühlen und diese verstopfen kann.

[0007] Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren und eine Vorrichtung zu schaffen, mit dem die Nachteile des Standes der Technik überwunden werden und mit dem eine relativ schnelle Abkühlung und Zerstäubung flüssiger oder pastöser Stoffe möglich ist, wobei insbesondere auch relativ kleine Mengen der flüssigen oder pastösen Stoffe auf wirtschaftlich Weise abgekühlt und zerstäubt werden können.

[0008] Die Aufgabe wird durch ein Verfahren gelöst, bei dem flüssige oder pastöse Stoffe oder Stoffgemische abgekühlt und zerstäubt werden, in dem der flüssige oder pastöse Stoff/Stoffgemisch mit flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid zusammengeführt wird und anschließend das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid entspannt wird. Das Verfahren wird so geführt, daß sich das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid erst beim Austritt aus der Vorrichtung zum Entspannen entspannt. Durch dieses Verfahren wird ein sehr direkter Kontakt des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches mit dem flüssigen oder überkritischen Kohlendioxid erreicht. Der durch die Entspannung entstehende Kohlendioxidschnee (Joule-Thompson-Effekt) bzw. das gasförmige Kohlendioxid weist eine Temperatur von ca. 195 K auf, wodurch eine rasche, schlagartige Abkühlung des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches erfolgt.

[0009] Bei der Entspannung entstehen relativ kleine Partikel des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches. Dies führt zu einem feinteiligen, relativ gut rieselfähigen und damit relativ gut dosierbarem Produkt aus dem flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch. Ein weiterer Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es, daß durch Variation der Mengenverhältnisse von Stoffen/Stoffgemischen und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid die sich einstellende Endtemperatur in weiten Bereichen zu beeinflussen ist.

[0010] Es ist vorgesehen, daß das flüssige oder überkritische Kohlendioxid einen Druck von 5 bis 500 bar und eine Temperatur von 216 bis 373 K, vorzugsweise einen Druck von 10 bis 200 bar und eine Temperatur von 230 bis 323 K und besonders bevorzugt einen Druck von 15 bis 80 bar und eine Temperatur von 248 bis 313 K, aufweist. Dadurch ergibt sich der Vorteil, daß bei einem bevorzugten Druck- und Temperaturbereich das Kohlendioxid direkt den Versorgungsanlagen, wie zum Beispiel Niederdruck- und Mitteldruck-Tanks oder Kohlendioxid-Flaschen direkt ohne weitere Gasaufbereitung entnommen werden kann.

[0011] Erfindungsgemäß erfolgt die Entspannung des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid auf einen Druck zwischen 0 bis 60 bar, vor-

zugsweise auf einen Druck zwischen 0 bis 20 bar und besonders bevorzugt auf ca. 1 bar. Die Entspannung auf Atmosphärendruck (ca. 1 bar) weist den Vorteil auf, daß direkt in offene Systeme abgefüllt werden kann und der jeweils mögliche Kälteinhalt des Kohlendioxids maximal ausgenutzt wird.

[0012] Nach der Erfindung kann bzw. können der flüssige oder pastöse Stoff/Stoffgemisch und/oder das flüssige oder überkritische Kohlendioxid und/oder das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid mindestens einer temperierbaren Leitung zugeführt werden. Mit Hilfe einer temperierbaren Leitung kann vorteilhaft die Temperatur für das flüssige oder pastöse Stoff/Stoffgemisch und/oder das flüssige oder überkritische Kohlendioxid und/oder das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid geregelt werden, um die gewünschte oder erforderliche Prozeßtemperatur einzustellen.

[0013] Das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid wird erfindungsgemäß einem Mischer, vorzugsweise einem statischen Mischer, zugeführt, bevor es entspannt wird. Dadurch wird vorteilhaft eine intensive Durchmischung von flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid erreicht.

[0014] Nach der Erfindung erfolgt das Mischen des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches mit dem flüssigen oder überkritischen Kohlendioxid vor der Zuführung in einen Wärmetauscher und/oder vor der Zuführung in einen Mischer und/oder vor dem Entspannen des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid oder direkt in einer Zweistoffdüse zur Entspannung des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid. Durch das Mischen des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches mit dem flüssigen oder überkritischen Kohlendioxid vor der Zuführung in einen Wärmetauscher ergibt sich der Vorteil, daß unerwünschte Mischungstemperaturen, die eine Komponente negativ beeinflussen, ausgeschlossen werden. Erfolgt das Mischen vor der Zuführung in einen Mischer oder direkt vor dem Entspannen des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid so wird vorteilhaft eine intensive Durchmischung des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches mit dem flüssigen oder überkritischen Kohlendioxid erreicht. Das Mischen direkt in einer Zweistoffdüse zur Entspannung des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid ist vorteilhaft, da hier kein direkter Kontakt des flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch mit Kohlendioxid vor der Entspannung erfolgt und daher beide Temperaturen unabhängig voneinander einstellbar sind.

[0015] Die Aufgabe wird ferner durch eine Vorrichtung zum Abkühlen von flüssigen oder pastösen Stoffen oder Stoffgemischen gelöst, die einen Vorratsbehälter für den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch aufweist, dem eine Leitung zugeordnet ist, in der eine Einrichtung zur Förderung des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches angeordnet ist, die eine Quelle für flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid aufweist, der eine Leitung zugeordnet ist, die eine Verbindungsstelle aufweist, wodurch die dem Vorratsbehälter für den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch zugeordnete Leitung mit der der Quelle für flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid zugeordneten Leitung in Verbindung steht und die eine Vorrichtung zum Entspannen aufweist. Die Vorrichtung ist so ausgebildet, damit sich das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid erst beim Austritt aus der Vorrichtung zum Entspannen entspannt. Durch die Vorrichtung wird eine rasche Abkühlung und Zerstäubung des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches sichergestellt. Es erfolgt ein sehr direkter Kontakt des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches mit dem flüssigen oder überkritischen Kohlendioxid. Durch Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung zum Entspannen entstehen kleine, gut rieselfähige Partikel des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches.

[0016] Die Vorrichtung weist nach der Erfindung einen Mischer, vorzugsweise einen statischen Mischer, auf, um den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch und das flüssige oder überkritische Kohlendioxid zu mischen.

[0017] Vorteilhaft weisen die das flüssige oder pastöse Stoff/Stoffgemisch und/oder das flüssige oder überkritische Kohlendioxid und/oder die das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid führenden Leitungen bzw. Vorrichtungen oder Einrichtungen Vorrichtungen zu deren Temperierung auf, um bei den einzelnen Kohlendioxid und/oder Stoff/Stoffgemisch führenden Strängen die gewünschte oder erforderliche Temperatur einzustellen. Die Leitung(en) sind vorzugsweise separat zu temperieren. Rohrleitung mit Einbauten zum Heizen sind bevorzugt.

[0018] Erfindungsgemäß ist es vorgesehen, in der der Quelle für flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid zugeordneten Leitung eine Einrichtung zur Förderung des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches und/oder eine Vorrichtung zum Erhitzen oder Kühlen anzuordnen. Die Einrichtung zur Förderung des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches ist beispielsweise ein Verdichter oder eine Pumpe.

[0019] Es ist vorgesehen, daß der dem Vorratsbehälter für den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch zugeordneten Leitung eine Vorrichtung zum Erhitzen oder Kühlen zugeordnet ist.

[0020] Nach der Erfindung ist der vor oder nach dem Mischer angeordneten Leitung eine Vorrichtung zum Er-

hitzen oder Kühlen zugeordnet.

[0021] Erfindungsgemäß weist die Vorrichtung zum Entspannen ein Ventil oder eine Düse auf. Nach der Erfindung kann als Ventil ein Auf-Zu-Ventil oder ein Stellventil verwendet werden.

[0022] Die Düse oder das Ventil weist vorteilhaft eine Abschirmungseinrichtung, vorzugsweise ein Mantelrohr, auf. Die Verwendung einer Düse mit einem Mantelrohr weist den Vorteil auf, daß nur eine relativ geringe Menge an Luft angesaugt bzw. in den Gas-Stoffstrom eingesaugt wird. Das Kohlendioxid geht dabei zumindest teilweise in Kohlendioxid-Schnee über. Typisch entstehen ca. 30 ew.-% Kohlendioxid-Schnee und ca. 70 Gew.-% gasförmiges Kohlendioxid bei der Entspannung des flüssigen Kohlendioxids an der Düse.

[0023] Vorzugsweise ist das Rohr der Entspannungseinrichtung, durch welches das Gemisch geleitet wird, präpariert. Dies kann durch Polieren oder Beschichten oder separates Beheizen erfolgen. Nach der Erfindung ist eine Beschichtung der Innenfläche des Rohrs der Entspannungseinrichtung, durch welches das Gemisch geleitet wird, mit Teflon besonders bevorzugt.

[0024] Das erfindungsgemäße Verfahren oder die erfindungsgemäße Vorrichtung kann vorteilhaft zum Homogenisieren, Pulverisieren, Pelletieren, Granulieren, Kristallisieren, Ausfällen, Gefriertrocknen oder Aufschließen von Zellen, verwendet werden. Die Verwendung zum Pulverisieren, Pelletieren, Granulieren und Kristallisieren ist bevorzugt.

[0025] Beispielsweise kann mit dem erfindungsgemäßen Verfahren oder der erfindungsgemäßen Vorrichtung ein Fettpulver oder ein kristallines, wässriges Produkt vorteilhaft hergestellt werden.

[0026] Das erfindungsgemäße Verfahren und die erfindungsgemäße Vorrichtung sind besonders geeignet zur Herstellung von Produkten, die aus einem Gemisch verschiedener Stoffe bestehen. So können beispielsweise Fettpulver mit Zusatzstoffen, zum Beispiel Mehl, hergestellt werden.

[0027] Das erfindungsgemäße Verfahren und die erfindungsgemäße Vorrichtung wird nun anhand von Abbildungen (Fig. 1 bis Fig. 4) und durch ein Ausführungsbeispiel beispielhaft näher erläutert.

[0028] In Fig. 1 ist eine Vorrichtung zum Abkühlen von flüssigen oder pastösen Stoffen oder Stoffgemischen dargestellt, in den Fig. 2 bis Fig. 4 sind verschiedene Varianten der Vorrichtung dargestellt.

[0029] Die in Fig. 1 dargestellte Vorrichtung zum Abkühlen von flüssigen oder pastösen Stoffen oder Stoffgemischen weist einen Vorratsbehälter 1 für den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch und eine Quelle 2 für flüssiges Kohlendioxid auf. In dem Vorratsbehälter 1 kann ein Rührer angeordnet sein (in Fig. 1 nicht dargestellt). Die Quelle 2 kann beispielsweise eine Steigrohrflasche oder ein Tank für flüssiges Kohlendioxid sein. Über eine Leitung 3 und eine Pumpe 4 wird der flüssige oder pastöse Stoff/Stoffgemisch einer Verbindungsstelle 5 zugeführt, in die eine Leitung 6 mündet,

durch welche das flüssige Kohlendioxid aus der Quelle 2 zugeführt wird. Durch die Verbindungsstelle 5 wird der Volumenstrom des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches mit dem Volumenstrom des flüssigen Kohlendioxids zusammengeführt. Der entstehende Volumenstrom des Gemisches aus dem flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch und dem flüssigen Kohlendioxid wird über eine Leitung 7 gegebenenfalls einem statischen Mischer 8 zugeführt. Das aus dem Mischer 8 kommende Gemisch wird in eine Vorrichtung 9 zur Entspannung des Gemisches geleitet. Gegebenenfalls kann zusätzlich die Leitung 3 temperierbar sein, beispielsweise mit Hilfe einer Rohrleitungsheizung 10, um die Temperatur des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches auf einen bestimmten Wert einzustellen. Zusätzlich kann in der Leitung 6 eine Pumpe 11 zur Förderung des flüssigen Kohlendioxids und/oder ein Vorrichtung zum Temperieren, beispielsweise eine Rohrleitungsheizung- oder Kühlung 12, zur Regelung der Temperatur des flüssigen Kohlendioxids angeordnet sein. Auch die Temperatur des Gemisches aus dem flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch und dem flüssigen Kohlendioxid kann durch einen temperierbaren Leitung 7, beispielsweise mit Hilfe einer Rohrleitungsheizung- oder Kühlung 13, im Bedarfsfall zusätzlich geregelt werden. Ferner sind in den Leitungen 3, 6 und 7 noch Ventile 14, 15, 16, 17, 18, 19 und 20 angeordnet, um die Volumenströme zu regeln.

[0030] Die Vorrichtung der Fig. 2 entspricht im wesentlichen der in Fig. 1 dargestellten Vorrichtung, wobei hier im Gegensatz zu Vorrichtung nach Fig. 1 die Volumenströme des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches und des flüssigen Kohlendioxids über eine Leitung 21 und 22 der Vorrichtung 9 zur Entspannung des Gemisches zugeführt werden, wodurch diese erst in der Vorrichtung 9 zur Entspannung des Gemisches zusammengeführt werden. Zusätzlich ist hier in dem Vorratsbehälter 1 ein Rührer 23 angeordnet.

[0031] In Fig. 3 und Fig. 4 sind weitere Ausführungsvarianten der in Fig. 1 gezeigten Vorrichtung mit verschiedenartiger Ausgestaltung der Vorrichtung 9 zur Entspannung des Gemisches dargestellt.

[0032] In Fig. 3 mündet der Austritt der Vorrichtung 9 zur Entspannung des Gemisches in einem geschlossenen Behälter 24 mit Abgasrohr 25.

[0033] In Fig. 4 ist der Vorrichtung 9 zur Entspannung des Gemisches ein Schneerohr 26 zugeordnet. Das Schneerohr 26 mündet hier in einen offenen Behälter 27.

Ausführungsbeispiel

[0034] In einem beheizten Vorratsbehälter wurde 1 kg Fett (Emulgator ST45) auf eine Temperatur von ca. 80 °C erhitzt und verflüssigt. Das flüssige Fett wurde mit einer Pumpe durch beheizte Rohrleitungen zu einem Sammelrohr mit anschließender Entspannungsdüse gepumpt. Aus einem Kohlendioxid-Tank wurde gleich-

zeitig flüssiges Kohlendioxid mit einem Druck von 58 bar ebenfalls in das Sammelrohr mit anschließender Entspannungsdüse eingeleitet. Der Düsenquerschnitt der Entspannungsdüse betrug 0,5 mm. Das Gemisch des flüssigen Fettes und des flüssigen Kohlendioxides trat nach der Düse als pulverförmiges Fett in reiselfähigem Zustand aus. Die Partikelgröße des Fettpulvers betrug 100% kleiner 630 µm.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Abkühlen und Zerstäuben von flüssigen oder pastösen Stoffen oder Stoffgemischen, bei dem ein flüssiger oder pastöser Stoff/Stoffgemisch mit flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid zusammengeführt wird und anschließend das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid entspannt wird, wodurch eine Abkühlung und Zerstäubung des Stoffs/Stoffgemischs erfolgt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem das flüssige oder überkritische Kohlendioxid einen Druck von 10 bis 200 bar und eine Temperatur von 230 bis 323 K aufweist.
3. Verfahren nach Anspruch 2, bei dem das flüssige oder überkritische Kohlendioxid einen Druck von 15 bis 80 bar und eine Temperatur von 248 bis 313 K aufweist.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, bei dem die Entspannung des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid auf einen Druck zwischen 0 bis 20 bar erfolgt.
5. Verfahren nach Anspruch 4, bei dem die Entspannung des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid auf einen Druck von ca. 1 bar erfolgt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, bei dem der flüssige oder pastöse Stoff/Stoffgemisch und/oder das flüssige oder überkritische Kohlendioxid und/oder das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid mindestens einer temperierbaren Leitung zugeführt wird bzw. werden.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, bei dem das Gemisch aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid einem Mischer zugeführt wird, bevor es entspannt wird.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, bei dem das Mischen des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches mit dem flüssigen oder überkritischen Kohlendioxid vor der Zuführung in einen Wärmetauscher und/oder vor der Entspannung in einen Mischer und/oder vor dem Entspannen des Gemisches aus flüssigem oder pastösem Stoff/Stoffgemisch und flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid oder direkt in einer Zweistoffdüse erfolgt.
9. Vorrichtung zum Abkühlen von flüssigen oder pastösen Stoffen oder Stoffgemischen, die einen Vorratsbehälter für den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch aufweist, dem eine Leitung zugeordnet ist, in der eine Einrichtung zur Förderung des flüssigen oder pastösen Stoffes/Stoffgemisches angeordnet ist, die eine Quelle für flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid aufweist, der eine Leitung zugeordnet ist, die eine Verbindungsstelle aufweist, wodurch die dem Vorratsbehälter für den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch zugeordnete Leitung mit der der Quelle für flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid zugeordneten Leitung in Verbindung steht, die einen Mischer aufweist, um den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch und das flüssige oder überkritische Kohlendioxid zu mischen, und die eine Vorrichtung zum Entspannen aufweist.
10. Vorrichtung nach Anspruch 9, bei der der Mischer ein statischer Mischer ist.
11. Vorrichtung nach Anspruch 9 oder 10, bei der in der der Quelle für flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid zugeordneten Leitung eine Einrichtung zur Förderung des flüssigen oder überkritischen Kohlendioxids und/oder eine Vorrichtung zum Erhitzen oder Kühlen der Leitung angeordnet ist.
12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 11, bei der dem Vorratsbehälter für den flüssigen oder pastösen Stoff/Stoffgemisch zugeordneten Leitung eine Vorrichtung zum Erhitzen oder Kühlen der Leitung zugeordnet ist.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 12, bei der vor oder nach dem Mischer angeordnete Leitung eine Vorrichtung zum Erhitzen oder Kühlen der Leitung zugeordnet ist.
14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 13, bei der die Vorrichtung zum Entspannen eine Düse oder ein Ventil aufweist.
15. Vorrichtung nach Anspruch 14,

bei der die Düse oder das Ventil ein Mantelrohr aufweist.

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 14 oder 15, bei der das Ventil ein Auf-Zu-Ventil oder ein Stellventil ist. 5
17. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 9 bis 16, bei der die Vorrichtung zum Entspannen ein Schneerrohr aufweist. 10
18. Verwendung des Verfahrens nach Anspruch 1 oder der Vorrichtung nach Anspruch 9 zum Pulverisieren, Pelletieren, Granulieren und Kristallisieren. 15
19. Verwendung des Verfahrens nach Anspruch 1 oder der Vorrichtung nach Anspruch 9 zur Herstellung von Fettpulvern. 20

Claims

1. The process for cooling and atomizing liquid or pasty substances or mixtures of substances, in which a liquid or pasty substance / mixture of substances is combined with liquid or supercritical carbon dioxide and the mixture of liquid or pasty substance / mixture of substances and liquid or supercritical carbon dioxide is then expanded, as a result of which the substance / mixture of substances is cooled and atomized. 25
2. Process according to Claim 1, in which the liquid or supercritical carbon dioxide has a pressure of from 10 to 200 bar and a temperature of from 230 to 323 K. 35
3. Process according to Claim 2, in which the liquid or supercritical carbon dioxide has a pressure of from 15 to 80 bar and a temperature of from 248 to 313 K. 40
4. Process according to one of Claims 1 to 3, in which the mixture of liquid or pasty substance / mixture of substances and liquid or supercritical carbon dioxide is expanded to a pressure from 0 to 20 bar. 45
5. Process according to Claim 4, in which the mixture of liquid or pasty substance / mixture of substances and liquid or supercritical carbon dioxide is expanded to a pressure of approximately 1 bar. 50
6. Process according to one of Claims 1 to 5, in which the liquid or pasty substance / mixture of substances and/or the liquid or supercritical carbon dioxide and/or the mixture of liquid or pasty substance / mixture of substances and liquid or supercritical carbon dioxide is or are fed to at least one heatable or coolable line. 55
7. Process according to one of Claims 1 to 6, in which the mixture of liquid or pasty substance / mixture of substances and liquid or supercritical carbon dioxide is, before it is expanded, fed to a mixer.
8. Process according to one of Claims 1 to 7, in which the liquid or pasty substance / mixture of substances is mixed with the liquid or supercritical carbon dioxide upstream of the feed into a heat exchanger and/or upstream of the feed into a mixer and/or upstream of the expansion of the mixture of liquid or pasty substance / mixture of substances and liquid or supercritical carbon dioxide, or directly in a two-component nozzle.
9. Apparatus for cooling liquid or pasty substances / mixture of substances which has a storage vessel for the liquid or pasty substance / mixture of substances to which is allocated a line in which a device for transporting the liquid or pasty substance / mixture of substances is disposed, which apparatus has a source of liquid or supercritical carbon dioxide, to which source is allocated a line and it has a connection point via which the line allocated to the storage vessel for the liquid or pasty substance mixture of substances is connected to the line allocated to the source of liquid or supercritical carbon dioxide, which has a mixer to mix the liquid or pasty substance / mixture of substances and the liquid or supercritical carbon dioxide, and which has an expansion apparatus.
10. Apparatus according to Claim 9, in which the mixer is a static mixer.
11. Apparatus according to one of Claims 9 or 10, in which a device for transporting the liquid or supercritical carbon dioxide and/or an apparatus for heating or cooling the line is disposed in the line allocated to the source of liquid or supercritical carbon dioxide.
12. Apparatus according to one of Claims 9 to 11, in which an apparatus for heating or cooling the line is allocated to the line allocated to the storage vessel for the liquid or pasty substance / mixture of substances.
13. Apparatus according to one of Claims 9 to 12, in which an apparatus for heating or cooling the line is allocated to the line disposed upstream or downstream of the mixer.
14. Apparatus according to one of Claims 9 to 13, in which the expansion apparatus has a nozzle or a valve.
15. Apparatus according to Claim 14, in which the nozzle

zle or the valve has a jacket tube.

16. Apparatus according to one of Claims 14 or 15, in which the valve is an open/closed valve or a control valve.
17. Apparatus according to one of Claims 9 to 16, in which the expansion apparatus has a snow tube.
18. Use of the process according to Claim 1 or of the apparatus according to Claim 9 for pulverizing, pelleting, granulating and crystallizing.
19. Use of the process according to Claim 1 or of the apparatus according to Claim 9 for the production of fat powders.

Revendications

1. Procédé pour refroidir et pulvériser les matières liquides ou pâteuses ou des mélanges de matières selon lequel on réunit une matière/mélange de matières à l'état liquide ou pâteux avec du dioxyde de carbone liquide ou supercritique et on fait détendre ce nouveau mélange pour refroidir et pulvériser la matière/mélange de matières.
2. Procédé selon la revendication 1, selon lequel le dioxyde de carbone liquide ou supercritique est à une pression de 10 à 200 bars et à une température de 230 à 323° K.
3. Procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** le dioxyde de carbone, liquide ou supercritique est à une pression de 150 à 80 bars et à une température de 248 à 313° K.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, selon lequel la détente du mélange formé de la matière ou du mélange de matières liquide ou pâteux et du dioxyde de carbone liquide ou supercritique, se fait à une pression entre 0 et 20 bars.
5. Procédé selon la revendication 4, **caractérisé en ce que** la détente du mélange formée de la matière/mélange de matières liquide ou pâteux et du dioxyde de carbone liquide ou supercritique se fait à une pression d'environ 1 bar.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, selon lequel la matière/mélange de matières liquide ou pâteux et/ou le dioxyde de carbone liquide ou supercritique et/ou le mélange formé de la matière/mélange de matières liquide ou pâteux et du dioxy-

de de carbone liquide ou supercritique arrive dans une conduite susceptible d'être mise en température.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, selon lequel le mélange de matière/mélange de matières liquide ou pâteux et de dioxyde de carbone liquide ou supercritique, est fourni à un mélangeur avant la détente.
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, selon lequel le mélange de la matière/mélange de matières liquide ou pâteux et du dioxyde de carbone liquide ou supercritique se fait avant d'être fourni à un échangeur de chaleur et/ou à un mélangeur et/ou avant la détente du mélange formée de la matière/mélange de matières liquide ou pâteux et du dioxyde de carbone liquide ou supercritique ou directement dans une buse à deux matières.
9. Dispositif de refroidissement de matières ou mélange de matières à l'état liquide ou pâteux, comprenant un réservoir pour la matière/mélange de matières liquide ou pâteux, avec une conduite dans une installation pour transporter la matière/mélange de matières liquide ou pâteux, une source de dioxyde de carbone liquide ou supercritique avec une conduite munie d'un point de liaison, la conduite associée au réservoir contenant la matière/mélange de matières liquide ou pâteux étant reliée à la conduite associée à la source de dioxyde de carbone liquide ou supercritique, et un mélangeur pour mélanger la matière/mélange de matière liquide ou pâteux et le dioxyde de carbone liquide ou supercritique et un dispositif pour la détente.
10. Dispositif selon la revendication 9, selon lequel le mélangeur est un mélangeur statique.
11. Dispositif selon la revendication 9 ou 10, selon lequel la conduite associée à la source de dioxyde de carbone liquide ou supercritique comporte une installation pour transférer le dioxyde de carbone liquide ou supercritique et/ou un dispositif pour chauffer ou refroidir la conduite.
12. Dispositif selon l'une des revendications 9 à 11, selon lequel une conduite associée au réservoir de matières/mélange de matières liquide ou pâteux, comporte un dispositif pour chauffer ou refroidir la conduite.
13. Dispositif selon l'une des revendications 9 à 12, selon lequel la conduite en amont ou en aval du mélangeur comporte un dispositif pour chauffer ou re-

froidir la conduite.

14. Dispositif selon l'une des revendications 9 à 13,
selon lequel le dispositif de détente comporte une
buse ou une soupape. 5
15. Dispositif selon la revendication 14,
selon lequel la buse ou la soupape comporte un tu-
be enveloppe. 10
16. Dispositif selon l'une des revendications 14 ou 15,
selon lequel la soupape comporte un robinet ouvert/
fermé ou une soupape d'actionnement. 15
17. Dispositif selon les revendications 9 à 16,
selon lequel le dispositif comporte un tube de neige
pour la détente. 20
18. Application du procédé selon la revendication 1 ou
du dispositif selon la revendication 9 pour pulvéri-
ser, former des boulettes, des granulés ou cristalli-
ser. 25
19. Application du procédé selon la revendication 1 ou
du dispositif selon la revendication 9 pour fabriquer
des poudres de matières grasses. 30

30

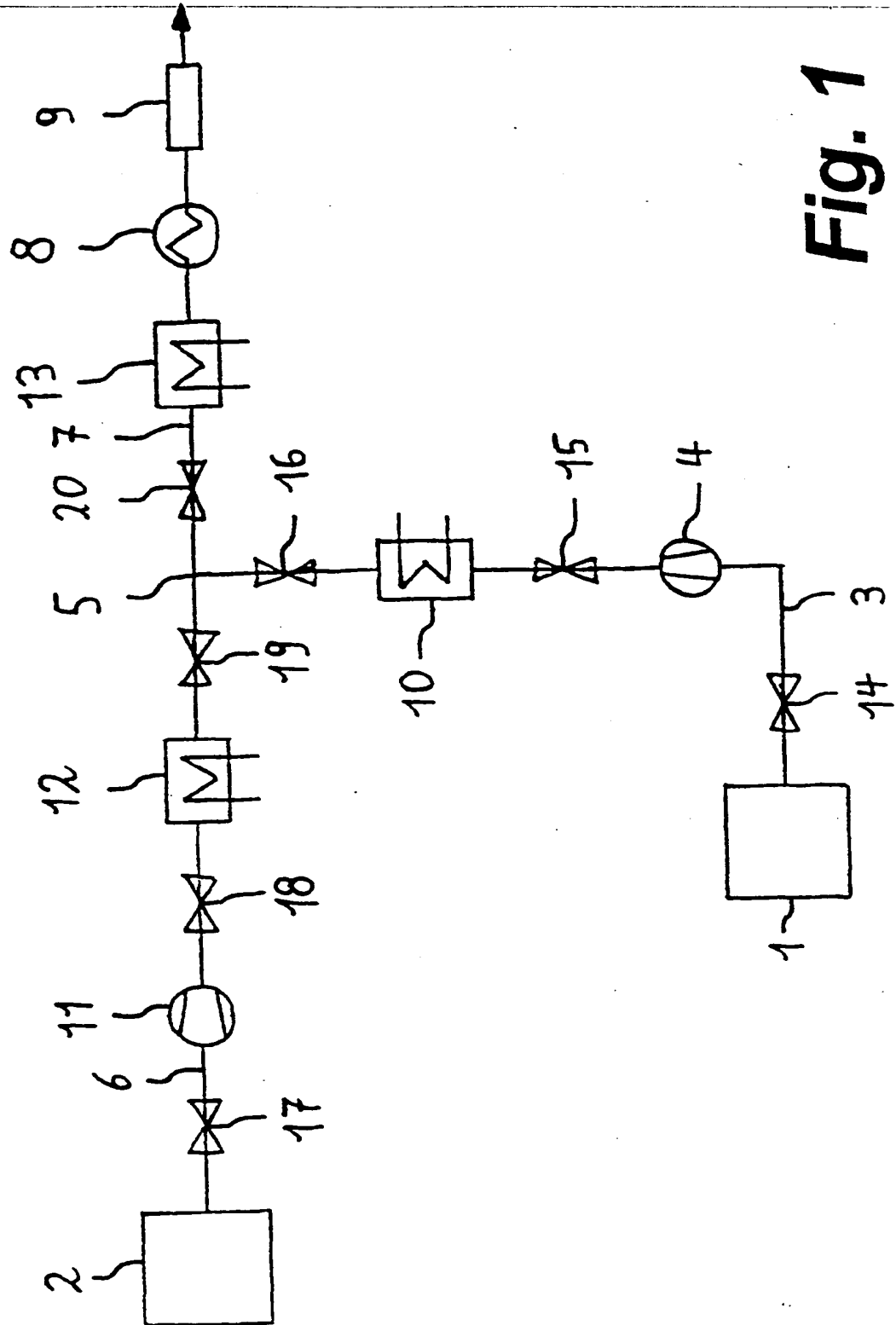
35

40

45

50

55

**Fig. 1**

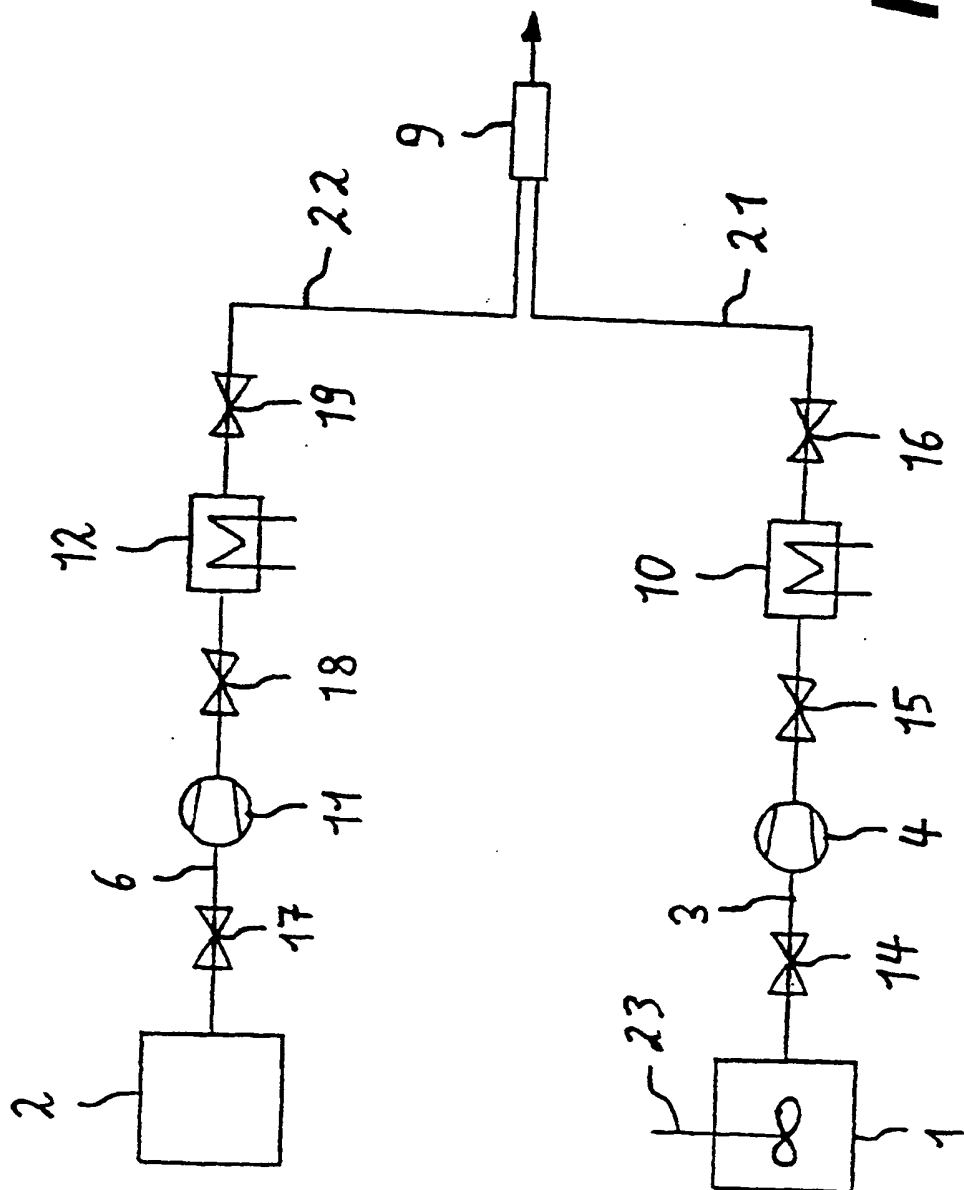
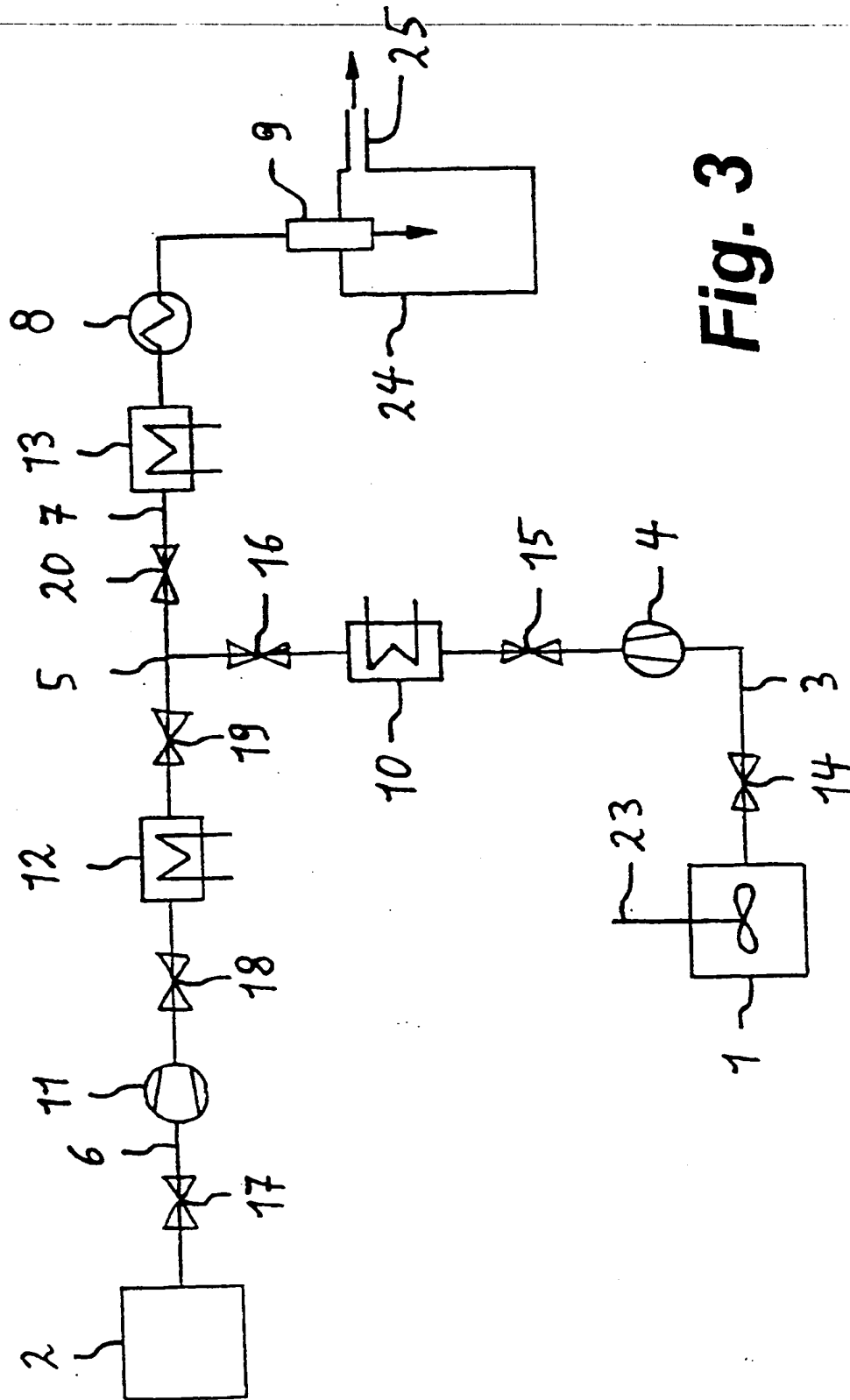


Fig. 2



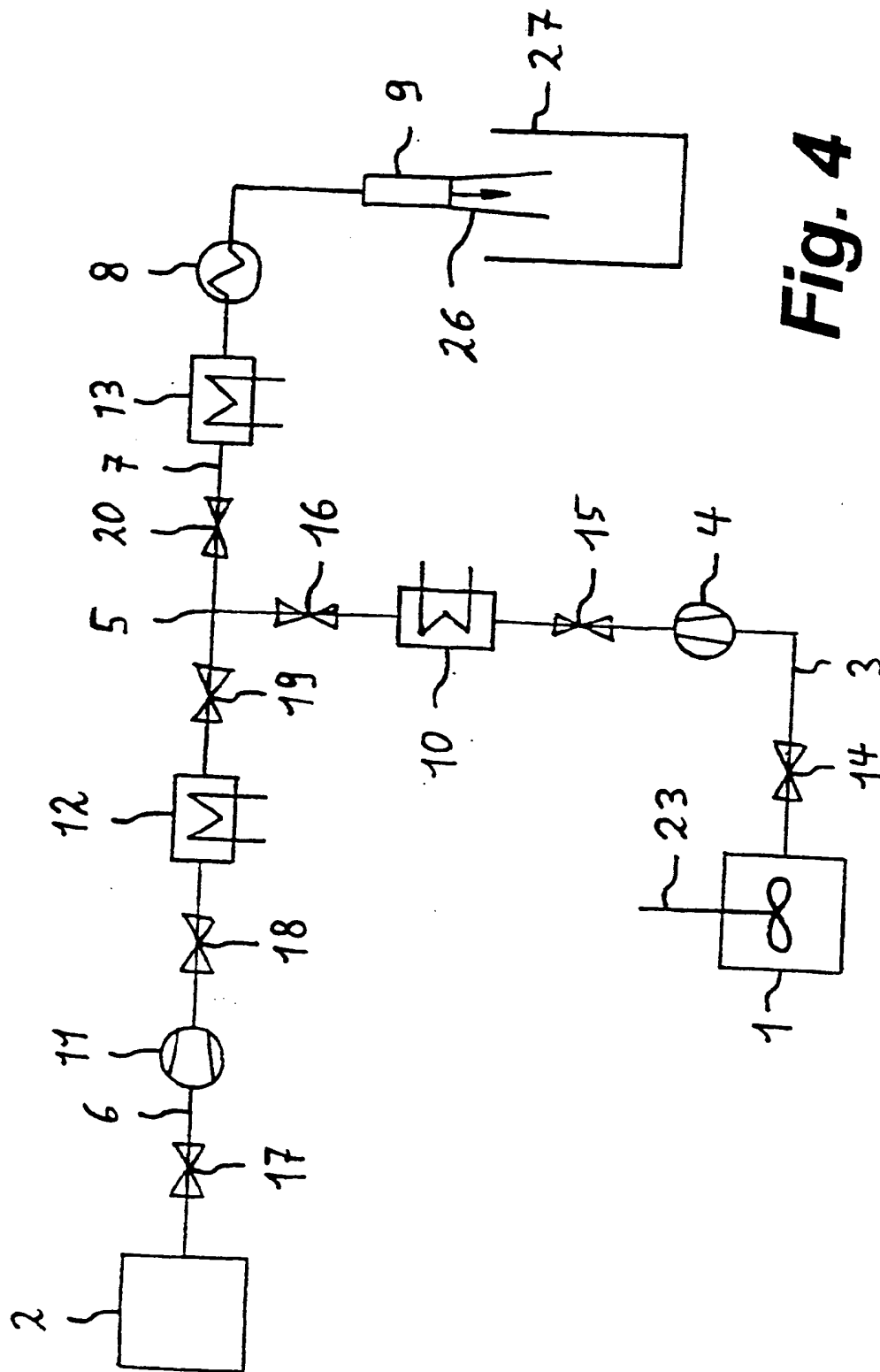


Fig. 4

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)